

原子吸收测定铜精粉中铜的含量

杨学宇

(山东省第七地质矿产勘查院, 山东 临沂 276000)

摘要:铜精粉中铜的含量一般在30%左右,其中碘量法被列为铜精矿测定铜的国家标准方法,火焰原子吸收光谱法测定铜普遍应用于低含量铜的测定,测定范围一般为0.001%~5%,该文通过王水分解样品,分取稀释,在2%的盐酸介质中,用高浓度标准系列原子吸收快速测定铜精粉中铜的含量,该法简便快速,选择性好,准确度高。

关键词:原子吸收;铜精粉;铜的含量

中图分类号:O655.23

文献标识码:B

铜精粉是由铜矿石选后含铜量较高矿粉,铜含量一般在30%左右,常见的分解方法有酸溶分解、熔融分解。目前仍在应用的测定铜的方法有容量法、极谱法、比色法、原子吸收法和电感耦合等离子体发射光谱法^[1];碘量法测定铜精粉中的铜含量准确^[2],被列为铜精矿测定铜的国家标准方法(GB/T3884.1-2000),但操作繁琐,干扰多,条件要求严格;火焰原子吸收光谱法测定铜被列为国家标准方法(GB/14353.1-93),普遍应用于低含量铜的测定,测定范围为0.001%~5%^[3],该文通过王水分解样品,分取稀释,在2%的盐酸介质中,用高浓度标准系列原子吸收快速测定铜精粉中铜的含量,简便快速,选择性好,准确度高。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

实验采用TAS-990型原子吸收分光光度计和铜空心阴极灯,灯电流3 mA,波长324.8 nm,燃烧器高度6 mm,乙炔流量1.5 mL/min,空气流量15 mL/min。

采用盐酸、硝酸、硫酸、铜标准溶液(每毫升含铜100 μg)。称取1.000 g金属铜片(纯度99.99%,先用1+9的HNO₃洗净铜片表面,然后用水冲洗干净,再用无水乙醇洗涤,风干后备用),置于250 mL烧杯中,加入1+1HNO₃ 20 mL,盖上表面皿,在电

热板上加热使铜完全溶解并赶走大部分硝酸。稍冷,加入1+1H₂SO₄ 10 mL,继续加热至冒三氧化硫白烟,并保持5 min。取下冷却,用水冲洗杯壁,再加热冒白烟5 min,取下冷却。加水并加热使铜盐溶解,冷却,移入1 000 mL容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。分取上述溶液25 mL置入250 mL容量瓶中,加入HCl 5 mL用水稀释至刻度,摇匀,次标准溶液浓度为每毫升含铜100 μg。实验用水均为去离子水。铜精粉标准物质GBW07166, YSS021-2004。

1.2 实验方法

1.2.1 样品分解处理过程

分别准确称取国家标准物质及待测样品0.100 0 g(一般双份)分别置于100 mL烧杯内,加数滴水润湿,盖上表面皿,加入15 mL的HCl,摇动烧杯使样品分散,置于电热板上加热数分钟,稍冷,加入5 mL硝酸继续加热至试样分解完全(如有残渣可加入少量氯化铵助溶)。加热至烧杯近干,取下,冷却,加入2 mL的HCl,用水冲洗表面皿及杯壁,加热使盐类溶解。冷却后移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。分取5 mL溶液于100 mL容量瓶中,加入2 mL的HCl,用水稀释至刻度,摇匀。澄清后按照标准曲线分析步骤操作,测得铜量^[4]。

* 收稿日期:2013-03-26;修订日期:2013-04-10;编辑:陶卫卫

作者简介:杨学宇(1972—),男,山东临沂人,工程师,主要从事分析测试工作;E-mail:sdlyyangxuezi@sina.com。

1.2.2 样品测定

分别吸取 0.00 mL, 5.00 mL, 10.00 mL, 15.00 mL, 20.00 mL 铜标准溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$), 分别置于 100 mL 容量瓶中, 加入 2 mL 的 HCl, 用水稀释至刻度, 摇匀。在原子吸收光谱仪上, 于波长 324.8 nm 处进行测定, 以标准浓度为 x 坐标, 以吸光度为 y 坐标进行曲线回归, 绘制标准曲线。

2 结果与讨论

2.1 方法准确度

该法通过对国家标准物质 GBW07166, YSS021-2004 进行检测, 验证方法的准确性。具体数据见表 1。试验表明, 该方法能满足检测质量要求。

表 1 标准物质检测质量检查 $W(\text{Cu})(10^{-2})$

标样编号	标值	检测结果	$RE_{\%}$	$RE\%$
GBW07166	24.20	24.08	1.38	-0.50
GBW07166	24.20	24.01	1.38	-0.79
GBW07166	24.20	24.50	1.38	1.24
YSS021-2004	21.69	21.90	1.47	0.97
YSS021-2004	21.69	21.40	1.47	-1.34
YSS021-2004	21.69	21.65	1.47	-0.18

2.2 方法精密度

随机选取测试样品, 按试验方法处理, 分别连续测定 12 次, 计算其相对标准偏差 $RSD\%$, 结果见表 2, 结果表明 $RSD\%$ 小于 3.0%。

表 2 精密度检测结果

分析项目	检测结果 %	平均值 ($\mu\text{g}/\text{g}$)	RSD (%)
Cu	30.25 30.65 30.45 30.35 30.72 30.34	30.41	0.60
	30.51 30.07 30.54 30.24 30.42 30.36		

2.3 干扰因素

用原子吸收分光光度法测定铜时, 由于原子吸收分光光度计分辨率高, 自身有足够的抗干扰能力^[5,6]。因此, 相关干扰可以忽略。对于含硫较高的试样, 必须在 600~650 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h, 否则容易使铜的结果偏低。

2.4 过控制定容体积

该方法可测定铜精粉、原矿、尾矿中不同含量的铜, 测量时原子吸收分光光度计的燃烧头要偏转角度, 使最高系列吸光度在 0.400 左右。

3 结论

该法易操作, 选择性好, 准确率高, 简便快速, 通过选取不同的国家标准物质和控制定容体积, 可快速测定铜精粉中的铜含量, 具有广泛的应用价值和独到的应用特点。

参考文献:

- [1] 李海涛, 徐熠, 汤兆星, 等. ICP-AES 测定铜精矿中铜的含量[J]. 光谱实验室, 2008, 25(5): 858-860.
- [2] 李洪岩. 快速测定混合金铜精粉中的铜[J]. 黄金, 2004, (8): 21-23.
- [3] 白利涛, 张丽萍, 林红. 铜含量测定方法研究[J]. 应用化工, 2011, 5(5): 903-905.
- [4] 尹明, 李家熙. 岩石矿物分析(第四版第三分册)[M]. 北京: 地质出版社, 2011: 36.
- [5] 李安模. 原子吸收及原子荧光光谱分析[M]. 北京: 科学出版社, 2000: 55-103.
- [6] 司银奎, 申世伟. 原子吸收分光光度法快速测定红土镍矿中镍[J]. 山东国土资源, 2011, 27(10): 49-51.

Atomic Absorption Determination of Copper Content in Copper Concentration Powder

YANG Xuezi

(No. 7 Exploration Institute of Geology and Mineral Resources, Shandong Linyi 276000, China)

Abstract: The copper content in copper concentration powder is generally 30%. Iodometric determination of copper concentrate has been listed as national standard methods. Flame atomic absorption spectrometry determination of copper content is generally applied to determining low content copper. Its measuring range is generally 0.001%~5%. In this paper, samples have been decomposed by aqua regia and diluted, in 2% hydrochloric acid medium, using a high concentration standard series atomic absorption rapid determination method, copper content of copper concentration powder has been determined. This method is simple, rapid with good selection and high accuracy.

Key words: Atomic absorption; copper powder; copper content